

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

11 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 576 693

21 N° d'enregistrement national :

85 01305

51 Int Cl<sup>4</sup> : G 02 B 6/18.

12

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 30 janvier 1985.

30 Priorité :

71 Demandeur(s) : COMPAGNIE GENERALE D'ELECTRI-  
CITE, Société anonyme. — FR.

72 Inventeur(s) : Muryel Wehr, Christian Le Sergent et Mi-  
chel Cornebois.

43 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : BOPI « Brevets » n° 31 du 1<sup>er</sup> août 1986.

60 Références à d'autres documents nationaux appa-  
rentés :

73 Titulaire(s) :

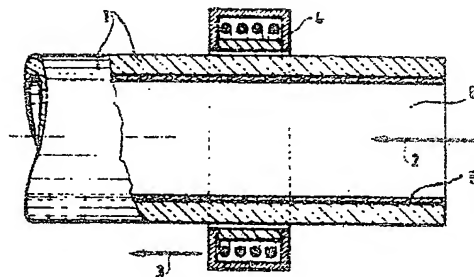
74 Mandataire(s) : Christian Lheureux, SOSPI.

54 Procédé de fabrication d'un composant optique à gradient d'indice de réfraction.

57 Procédé de fabrication d'un composant optique à gradient  
d'indice de réfraction.

Le procédé consiste à déplacer plusieurs fois un moyen de  
chauffage le long d'un tube 1 en silice parcouru par un  
mélange de gaz comprenant de l'oxygène, Si Cl<sub>4</sub> et un com-  
posé d'un élément dopant choisi parmi le fluor, le bore, le  
phosphore, l'aluminium, le titane, l'antimoine ou un mélange de  
ces éléments.

Application à la fabrication de composants optiques desti-  
nés aux appareils de photocopie.



FR 2 576 693 - A1

Procédé de fabrication d'un composant optique à gradient d'indice de réfraction

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un composant optique à gradient d'indice de réfraction.

5 On sait qu'il est possible de réaliser des composants optiques formés d'un matériau optique dont l'indice de réfraction varie continûment à l'intérieur du composant. Ces composants, appelés "à gradient d'indice de réfraction" se distinguent des composants optiques conventionnels, tels que les lentilles, dont l'indice de réfraction du maté-  
10 riau optique est constant.

Divers procédés de fabrication de composants optiques à gradient d'indice de réfraction sont décrits dans l'article américain "Gradient index optics : a review" (D.T. Moore), extrait de APPLIED OPTICS vol.19 n° 7, 1er avril 1980, pages 1035 à 1038. En particulier, il est dit dans  
15 cet article qu'il est possible, pour réaliser de tels composants, d'utiliser le procédé de dépôt chimique en phase vapeur couramment employé pour la fabrication des fibres optiques à gradient d'indice de réfraction. Ce procédé consiste à déposer d'abord en phase vapeur sur la surface interne d'un tube une première couche d'indice de réfraction  
20 donné.

Cette couche est formée par exemple de silice dopée au germanium et est obtenue par déplacement d'un moyen de chauffage le long du tube dans lequel circule un mélange gazeux formé d'oxygène, de  $\text{SiCl}_4$  et d'un composé de germanium.

25 On dépose ensuite sur cette première couche d'autres couches dont les indices de réfraction varient légèrement d'une couche à l'autre. L'indice de réfraction des couches successives déposées sur la surface interne du tube varie ainsi par degrés. Après tirage d'une fibre optique à partir de l'ébauche constituée par le tube recouvert intérieurement  
30 des couches successives, les couches deviennent moins épaisses et la fibre semble présenter un gradient radial continu d'indice de réfraction. Si on découpe alors un tronçon de cette fibre on obtient un composant optique à gradient radial d'indice de réfraction. Mais un tel composant a un diamètre de l'ordre de 100 micromètres et ne peut être appliqué  
35 que pour les utilisations très particulières.

Il n'est pas possible de fabriquer par ce procédé des composants optiques de diamètre suffisant pour les utilisations courantes. En particulier, comme il a été dit ci-dessus, l'indice de réfraction des couches déposées par ce procédé sur une ébauche tubulaire, de diamètre  
5 beaucoup plus important que la fibre, avant tirage de la fibre, varie radialement suivant une suite de degrés ou d'oscillations, de manière discontinue. Les composants optiques qui pourraient être réalisés par découpe transversale d'une telle ébauche seraient inutilisables par suite du défaut de continuité de la variation de l'indice.

10 On constate par ailleurs que, pour obtenir par ce procédé une ébauche présentant une variation radiale continue d'indice de réfraction, il faudrait déposer dans le tube un nombre considérable de couches plus minces, par exemple 200 couches. Mais un tube ne peut en général résister à plus de 100 déplacements du moyen de chauffage sans subir une  
15 déformation inacceptable. De plus, le prix de revient d'un tel composant optique serait trop élevé.

La présente invention a pour but de mettre en oeuvre un procédé par dépôt en phase vapeur pour obtenir un composant optique à gradient radial ou axial d'indice de réfraction, ce composant pouvant être de dimension  
20 moyenne ou grande et ayant un prix de revient relativement modéré.

La présente invention a pour objet un procédé de fabrication d'un composant optique à gradient d'indice de réfraction, comportant  
- une circulation d'un mélange de gaz dans un manchon tubulaire dans lequel est disposé longitudinalement un support en silice, le mélange de  
25 gaz comprenant un halogénure de silicium, de l'oxygène et au moins un composé d'un élément dopant  
- et N déplacements successifs d'un moyen de chauffage le long du manchon, d'une de ses extrémités à l'autre, de façon à déposer sur le support à chaque déplacement une couche de silice dopée par ledit élément  
30 dopant, la composition du mélange étant modifiée entre deux déplacements successifs de manière à obtenir sur le support N couches successives dont les indices de réfraction  $n_1, n_2, \dots, n_N$  varient suivant une loi prédéterminée, ledit composant optique à gradient d'indice de réfraction étant obtenu à partir du support recouvert des N couches,  
35 caractérisé en ce que ledit élément dopant est choisi dans le groupe

constitué par le fluor, le bore, le phosphore, l'aluminium, le titane, l'antimoine et les mélanges de ces éléments.

Dans un mode de mise en oeuvre de l'invention, le manchon est en silice et le support est constitué par la paroi interne du manchon. Lorsque, de plus, le manchon est cylindrique de révolution et présente une cavité cylindrique axiale après recouvrement par les N couches successives, le procédé comporte en outre, de préférence, après le dépôt des N couches, une opération de rétreint à chaud du diamètre du manchon de façon à obtenir un barreau ne comportant plus de cavité axiale, le composant optique étant obtenu par tronçonnage du barreau et étant à gradient radial d'indice de réfraction. Lorsque le manchon est à section rectangulaire, le composant optique peut être obtenu par découpage des parois planes du manchon recouvert des N couches, le composant optique étant à gradient axial d'indice de réfraction.

Lorsque le support est constitué par une lame optique fixée à l'intérieur du manchon, le composant optique peut être obtenu par découpage de la lame recouverte par les N couches, ce composant optique étant à gradient axial d'indice de réfraction.

Un mode particulier de mise en oeuvre du procédé selon la présente invention est décrit au-dessous à titre d'exemple, en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- la figure 1 représente schématiquement des moyens pour déposer des couches de silice dopée, sur la surface interne d'un tube
- et la figure 2 est un graphique illustrant la variation radiale de l'indice de réfraction d'un composant optique réalisé par le procédé selon l'invention.

Sur la figure 1 est représenté partiellement un tube cylindrique 1 en silice, de diamètre extérieur 25 mm et de diamètre intérieur 20 mm.

On fait circuler à la pression atmosphérique à l'intérieur du tube, suivant la flèche 2, un mélange de gaz comportant du chlorure de silicium  $\text{Si Cl}_4$ , de l'oxygène et du fluorure de silicium  $\text{Si F}_4$ . La composition du mélange ainsi que la vitesse de circulation est déterminée de façon à obtenir un débit de  $160 \text{ cm}^3/\text{mn}$  pour  $\text{Si Cl}_4$ , de  $400 \text{ cm}^3/\text{mn}$  pour l'oxygène et de  $275 \text{ cm}^3/\text{mn}$  pour  $\text{Si F}_4$ . Simultanément on déplace le long du tube 1, suivant la flèche 3, d'une extrémité à l'autre

de ce tube, des moyens de chauffage 4 à une vitesse de 160 mm/mn. Il en résulte le dépôt sur la surface cylindrique intérieure du tube 1 d'une mince couche de silice formée par réaction à chaud de l'oxygène sur  $\text{Si Cl}_4$ , la silice étant dopée au fluor grâce à la présence des vapeurs de  $\text{Si F}_4$ . L'indice de réfraction de la couche de silice dopée ainsi déposée est inférieur à celui de la silice pure.

Après le dépôt de la première couche, on diminue légèrement le débit de  $\text{Si Cl}_4$  et de  $\text{Si F}_4$  dans le mélange, tout en maintenant constant le débit d'oxygène, et on dépose alors par déplacement des moyens de chauffage 4, une deuxième couche de silice dopée dont l'indice de réfraction est très légèrement supérieur à celui de la première couche, mais évidemment encore très inférieur à celui de la silice pure.

On dépose ainsi successivement plusieurs couches de silice dopée en diminuant chaque fois le débit de  $\text{Si Cl}_4$  et de  $\text{Si F}_4$  entre deux déplacements successifs des moyens de chauffage, de façon à obtenir des couches superposées de silice dopée, d'indices de réfraction croissants. Lorsque le débit de  $\text{Si F}_4$  arrive à  $30 \text{ cm}^3/\text{mn}$ , on élimine  $\text{Si F}_4$  du mélange de gaz et on le remplace par le composé de fluor  $\text{CCl}_2 \text{ F}_2$  avec un débit de  $6 \text{ cm}^3/\text{mn}$ . On continue à déposer des couches successives de silice dopée au fluor par  $\text{CCl}_2 \text{ F}_2$ , en diminuant progressivement le débit de  $\text{Si Cl}_4$  et de  $\text{CCl}_2 \text{ F}_2$  entre deux déplacements consécutifs des moyens de chauffage. On interrompt la circulation du mélange de gaz lorsque le débit de  $\text{Si Cl}_4$  est égal à  $70 \text{ cm}^3/\text{mn}$  et que celui de  $\text{CCl}_2 \text{ F}_2$  est nul. La silice déposée dans la dernière couche n'est pas dopée et son indice de réfraction est sensiblement égal à celui de la silice pure. On obtient ainsi, sur la surface cylindrique interne du tube 1, un dépôt 5 de silice dopée au fluor d'une épaisseur totale sensiblement égale à 1 mm, ce dépôt étant constitué par 70 couches successives.

On fait subir alors au tube 1 revêtu du dépôt 5 une opération de retrait, identique à celle bien connue dans la technique de fabrication des fibres optiques. Cette opération consiste à diminuer à chaud, sur un tour de verrier, le diamètre extérieur du tube, de façon à éliminer la cavité cylindrique axiale 6 qui subsiste dans le tube après réalisation du dépôt 5. On obtient en définitive un barreau cylindrique de silice comportant un coeur de silice dopée dont le diamètre est sensiblement

égal à 4 mm. Le graphique de la figure 2 rapporté à deux axes de coordonnées rectangulaires donne la courbe de variation de l'indice de réfraction du coeur du barreau en fonction du rayon, la différence d'indice  $D_i$  entre la silice pure et les couches successives de silice dopée étant portée en ordonnée et le rayon  $R$  en mm étant porté en abscisse. On constate que cette courbe est lisse et que l'indice de réfraction croît de façon continue de l'axe jusqu'à la périphérie du coeur du barreau. Ce résultat est obtenu avec un nombre de couches de silice dopée nettement inférieur au nombre maximal (de l'ordre de 100) de déplacements du moyen de chauffage que peut supporter le tube, sans déformation. Si on découpe par sciage transversal une rondelle de ce barreau, on obtient un composant optique à gradient radial d'indice de réfraction.

Si un dépôt de silice avait été effectué en 70 couches dans des conditions analogues à celles décrites ci-dessus, mais en dopant la silice au germanium au lieu de la doper au fluor, la courbe de variation de l'indice de réfraction du dépôt obtenu aurait présenté des oscillations correspondant aux différentes couches, ces oscillations étant trop fortes pour permettre une application du barreau à la réalisation de composants optiques à gradient radial d'indice de réfraction.

Bien entendu, il est possible de déterminer par des essais préliminaires la composition du mélange de gaz et la vitesse de circulation du mélange de façon à réaliser une courbe donnée de variation d'indice. En plus de  $\text{Si F}_4$  et de  $\text{CCl}_2 \text{ F}_2$ , il est possible d'utiliser comme produit de dopage au fluor les composés suivant  $\text{C}_3 \text{ F}_8$ ,  $\text{C}_2 \text{ F}_6$ ,  $\text{C}_2 \text{ Cl F}_5$ ,  $\text{C}_2 \text{ Cl}_2 \text{ F}_4$ . Le dopage au fluor est particulièrement intéressant parce que le coefficient de dilatation de la silice dopée est voisin de celui de la silice non dopée, ce qui entraîne une bonne résistance mécanique des barreaux à l'opération de sciage.

Il est possible d'obtenir des composants optiques à variation continue d'indice de réfraction en remplaçant dans le procédé décrit ci-dessus le dopage au fluor par un dopage par les éléments suivants : bore, phosphore, aluminium, titane, antimoine, et les mélanges de ces éléments. Pour obtenir de tels dopages, on peut par exemple faire circuler dans le mélange de gaz respectivement des vapeurs des composés suivants  $\text{B Br}_3$ ,  $\text{POCl}_3$ ,  $\text{Al Cl}_3$ ,  $\text{Ti Cl}_4$ ,  $\text{Sb Cl}_5$ .

La continuité de la courbe de variation d'indice de réfraction des composants optiques obtenus par le procédé selon l'invention peut s'expliquer par le fait que les éléments de dopage cités ci-dessus diffusent partiellement entre les couches successives déposées en phase vapeur, cette diffusion entraînant un lissage de la courbe de variation d'indice.

Bien entendu, la présente invention n'est pas limitée aux modes de mise en oeuvre décrits ci-dessus qui n'ont été donnés qu'à titre d'exemple. C'est ainsi que le tube de silice cylindrique de révolution peut être remplacé par un tube à section carrée ou rectangulaire. Après dépôt en phase vapeur des couches de silice dopée sur la surface latérale interne du tube, on peut découper par sciage les faces planes du tube pour obtenir des composants optiques à gradient d'indice axiaux, l'opération de retreint n'étant pas effectuée dans ce cas.

De même, on peut obtenir des composants optiques à gradient d'indice axiaux en fixant longitudinalement à l'intérieur d'un tube un support de silice plan, tel qu'une lame optique, et en découpant ensuite le support revêtu des couches déposées, par sciage par exemple.

Enfin, les moyens de chauffage déplacés le long du tube peuvent être aussi constitués par un chalumeau ou un générateur de plasma.

Les composants optiques à gradient d'indice obtenus par le procédé selon l'invention peuvent être appliqués notamment aux appareils de photocopie, aux endoscopes médicaux, aux objectifs photographiques ou aux coupleurs pour fibres optiques.

## REVENDECATIONS

- 1/ Procédé de fabrication d'un composant optique à gradient d'indice de réfraction, comportant
- une circulation d'un mélange de gaz dans un manchon tubulaire dans lequel est disposé longitudinalement un support en silice, le mélange de gaz comprenant un halogénure de silicium, de l'oxygène et au moins un composé d'un élément dopant
  - et N déplacements successifs d'un moyen de chauffage le long du manchon, d'une de ses extrémités à l'autre, de façon à déposer sur le support à chaque déplacement une couche de silice dopée par ledit élément dopant, la composition du mélange étant modifiée entre deux déplacements successifs de manière à obtenir sur le support N couches successives dont les indices de réfraction  $n_1, n_2, \dots, n_N$  varient suivant une loi prédéterminée, ledit composant optique à gradient d'indice de réfraction étant obtenu à partir du support recouvert des N couches, caractérisé en ce que ledit élément dopant est choisi dans le groupe constitué par le fluor, le bore, le phosphore, l'aluminium, le titane, l'antimoine et les mélanges de ces éléments.
- 2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, ledit manchon (1) étant en silice, le support est constitué par la paroi interne du manchon.
- 3/ Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que, ledit manchon (1) étant cylindrique de révolution autour d'un axe et présentant une cavité cylindrique axiale (6) après revêtement par les N couches, le procédé comporte en outre après le dépôt des N couches, une opération de retrait à chaud du diamètre du manchon de façon à obtenir un barreau ne comportant plus de cavité axiale, ledit composant optique étant obtenu par tronçonnage du barreau et étant à gradient radial d'indice de réfraction.
- 4/ Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que, ledit manchon étant à section rectangulaire, ledit composant optique est obtenu par découpage des parois planes du manchon recouvert des N couches, ce composant optique étant à gradient axial d'indice de réfraction.
- 5/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, ledit support étant constitué par une lame optique fixée à l'intérieur du manchon,



2576693

- 8 -

ledit composant optique est obtenu par découpage de la lame recouverte par les N couches, ce composant optique étant à gradient axial d'indice de réfraction.

1/1

FIG. 1

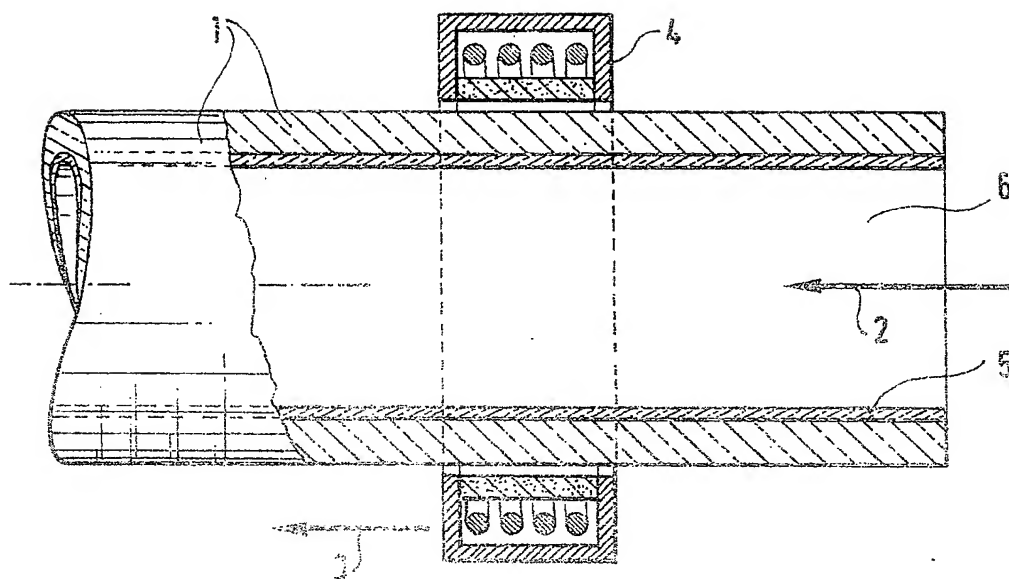


FIG. 2

